

DEC 1973-12-1973

TRANSLATION ATTACHED
1/2-1973C 09 j 3/14 24 J 6
C 08 d 9/00 25(1) B 281

特許公告

特許出願公告

昭48-43177

特許公報

公告 昭和48年(1973)12月17日

発明の数 1

(全5頁)

JAPAN

GROUP 141

CLASS 260

RECORDED

| | | |
|---|------------------------|----------------|
| 55-J | A4-B8, A8-S2, A12-A5A. | 3 |
| 81081U-AG. | A12-G3. | KABG.19-06-70. |
| JA-053900.. U52. | | |
| Konishi Gisuke Shoten Co Ltd. | | *JA-7343177-R. |
| C09 C08 (12-12-73)... | | |
| AEROSOL ADHESIVE COMPSN - of polychloroprene rubber and solvent. | | |
| Aerosol adhesive compsn. comprising a solvent soln. of gel type polychloroprene dry rubber can be sprayed as fine mist over wide pattern area. | | |
| DETAILS | | |
| Suitable dry rubbers are eg. neoprene Denka-chloroprene Em-40 (RTM) etc. (Solvents) include toluene, n-hexane, CH ₂ Cl ₂ , MeOH, MEK, ethyl acetate etc. Ratio of rubber to solvent is pref. 5-40, esp. 15-25 wt.%, based on solvent. | | |
| EXAMPLE | | |
| Denka-chloroprene Em-40 (RTM) (15 pts.) and toluene (85 pts.) were mixed to form a gelled soln. 100 pts. of the soln. were fed into an aerosol vessel and 75 pts. of a mixed spraying agent comprising dimethyl ether (1 pt.) and LPG (1 pt.) was added. | | |

81081U

あり、そのイは本発明で使用するゲル型ポリクロ
ロブレンドライラバー溶液を、そのロはゾル型ポ
リクロブレンドライラバー溶液を示す。又第2
図はエアゾール型接着剤を実際に噴霧したときの
霧化状態を示す写真であり、そのハは本発明エア
ゾール型接着剤用組成物を用いたエアゾール型接
着剤の場合を、ニは本発明以外のエアゾール型接
着剤用組成物を用いた場合を示す。

発明の詳細な説明

本発明はエアゾール型接着剤用組成物に関し、
更に詳しくはポリクロブレン系エラストマーを
主材とするエアゾール型接着剤用組成物に関し、
その目的とする所はパターン面積の広い換言すれ
ば十分に霧化した状態で噴霧し得るエアゾール型
接着剤を製造し得るポリクロブレン系エラスト
マー組成物を提供せんとするにある。

元来周知の通りポリクロブレン系エラストマ
ーはエラストマーとしては極めて接着性が優れ又
耐熱性も良くこのため従来から接着剤として使用
されているものである。

一方最近に至りエアゾール型接着剤が注目を集
め各種のエラストマーについて種々研究が行なわ

が、この研究に於いてたまたま下記に示す特定の
ポリクロブレン系エラストマーを使用するとき
は十分に霧化したエアゾール型接着剤が製造出来
るを見出し茲に本発明を完成するに至つた。
即ち本発明はゲル型ポリクロブレンドライラバ
ーとポリクロブレン系エラストマーの溶剤として
従来公知の溶剤とを含有して成るエアゾール型接
着剤用組成物に係るものである。

本発明に於いてはゲル型ポリクロブレンドラ
イラバーを使用することを必須としポリクロブ
レン系エラストマーとしてこれ以外のもの例えばゾ
ル型ポリクロブレンドライラバーを使用しても
全くパターン面積の大きいエアゾール型接着剤は
得られない。而してポリクロブレン系エラスト
マーのなかでゲル型ポリクロブレンドライラバ
ーのみがいかなる理由で十分に霧化するかその
詳細に関してはなお判然とはしないがゲル型ポリ
クロブレンドライラバーの溶剤溶液は例えばゾ
ル型ポリクロブレンドライラバーの溶剤溶液に
比しそのシキソトロビック性がかなり大きく、こ
のためにたとえ自己凝集力の大きいエラストマー
でも加工することによりシキソトロビック性の

3

4

きいものはこれをエアゾール型接着剤として使用しても十分に霧化するものと推考される。

以下に各種ポリクロブレン系ドライラバーの15%トルエン溶液のシキソトロビック性を測定した結果を下記に表記する。但し下記の表に於いてはJIS-K-6828に準じて回転式B型粘

*度計(B-M型株式会社東京計器製作所製使用)を使用し25℃で測定したものである。尚下表中心8はローター4で心9はローター3でその他は全てローター2で行った。又使用した各種ポリクロブレン系ドライラバーはいずれも15cm幅、スリット1mmで5分練りを行ったものである。

| No | ゴ ム 溶 液 | 測 定 粘 度 | | シキソトロビック性 (A/B) | 備 考 |
|----|---------------------------|---------|---------|--------------------|---------|
| | | 6回転(A) | 12回転(B) | | |
| 1 | ネオブレンAD | 1050 | 1050 | 1.000 | ゾル型 |
| 2 | " AC | 680 | 680 | 1.000 | " |
| 3 | " W | 425 | 425 | 1.000 | " |
| 4 | " WHV | 1580 | 1580 | 1.000 | " |
| 5 | " AF | 900 | 900 | 1.000 | " |
| 6 | " WB | 755 | 610 | 1.238 | ゲル型 |
| 7 | 電化クロブレンEm-40 | 3320 | 2300 | 1.443 | " |
| 8 | ネオブレンAG | 78600 | 48000 | 1.637 | " |
| 9 | ネオブレンAD30%+ ネオブレンAG70% | 6500 | 4420 | 1.471 | ゲル型+ゾル型 |

上記表から明らかな通りゲル型ポリクロブレン系ドライラバーのトルエン溶液はいずれもシキソトロビック性は大きい、ゾル型ポリクロブレン系ドライラバーのトルエン溶液はいずれもシキソトロビック性はほとんど無い。尚上記シキソトロビック性としては1.000はシキソトロビック性は無く1.200にも達すればシキソトロビック性は大きいものである。又ゲル型とゾル型の混合系でもゲル型が30%含有された場合はシキソトロビック性は1.471と極めて大きい。

本発明に於いて使用されるゲル型ポリクロブレン系ドライラバーとはトルエンに不溶性にして且つトルエンと混合したときにゲルを生成するものを指し通常ゲル型ポリクロブレン系ドライラバーとして市販されているものがいずれも有効に使用される。具体的には例えばネオブレンAG、ネオブレンWB、ネオブレンAJ(いずれも昭和ネオブレン株式会社製、デュボン社製)、デンカクロブレンEm-40、デンカクロブレンEs-70(いずれも電気化学株式会社製)等を

本発明に於いてはゲル型クロブレン系ドライラバーにゾル型クロブレン系ドライラバーを添加することを妨げない。この際のゾル型クロブレン系ドライラバーの配合割合はゲル型とゾル型の混合物中ゾル型クロブレン系ドライラバーの含有量として70~0重量%程度である。而して該ゾル型クロブレン系ドライラバーとしては例えばネオブレンAD型、ネオブレンAC型、ネオブレンW型、ネオブレンWHV等を具体例として例示することが出来る。

又本発明に於いて使用される溶剤としては従来ポリクロブレンゴム接着剤の溶剤として使用されて来た溶剤がいずれも有効に使用され例えば芳香族系、アルコール系、ケトン系、石油系、エステル系、塩素化炭化水素系等の各種の溶剤が単独で又は混合して使用され、更に具体的にはトルエン、ノルマルヘキサン、メチレンクロライド、メタノール、メチルエチルケトン、酢酸エチル等を挙げる事が出来る。ポリクロブレン系ドライ

5

6

ラバーと溶剤との比率は溶剤に対しゴム5〜40重量%程度使用し特に15〜25重量%が望ましい。

本発明に於いてはゲル型ポリクロロブレン系ドライラバーと上記溶剤との混合組成物のみでもこれに噴射剤を添加してエアゾール型接着剤とすることが出来るが、接着特性を更に大きくするために合成樹脂を添加するのが望ましい。この際使用する樹脂としては例えばフェノールホルムアルデヒド樹脂、テルペン樹脂、テルペンフェノール樹脂、アルキルフェノール樹脂、ロジン樹脂、ロジン変性樹脂、石油樹脂等を具体例として挙げることが出来る。この樹脂の添加量は使用するゲル型ポリクロロブレンドライラバー、ゾル型ポリクロロブレンドライラバー、溶剤の種類やこれ等の配合割合に応じて適宜に決定される。又本発明に於いてはエアゾール型接着剤に從來から使用されて来た公知の各種の添加剤を配合することが出来、これ等の添加剤としては各種金属酸化物やβ-ナフチルアミンの如き酸化防止剤を例示することが出来る。

本発明組成物はこれをエアゾール型接着剤として適宜な容器に密封するが、この際共存せしめる噴射剤としては公知の噴射剤例えばL. P. G.、塩化ビニルガス、クロールメチルガス、ジメチルエーテル等がそのまま有効に使用され、又エアゾール型接着剤を調製する手段としても従来周知の手段で充分である。

本発明組成物を用いたエアゾール型接着剤は極めて優れた霧化性を示し、例えば後記実施例1で調製したエアゾール型接着剤を実際に噴出せしめた場合は第2図ハにも示す通り十分に霧化している。一方後記比較例1で調製したエアゾール型接着剤を実際に噴出せしめた場合は第2図ニに示す通り全く又は殆んど霧化していない。

以下に実施例を示して本発明を具体的に説明する。但し下記実施例に於いて部又は%とあるは特に説明の無い限り重量部又は重量%を表わすものとする。

実施例 1

デンカクロロブレンEm-40(電気化学株式会社製)15部とトルエン85部とを混合しゲル化した溶液を得た。この溶液の顕微鏡写真(100倍)は第1図イの通りであり、ほぼ均一にゲル化

していることが判る。このゲル状溶液100部をエアゾール用容器に投入しジメチルエーテル1部とLPG1部との混合噴射剤を75部使用してエアゾール型接着剤を調製した。このエアゾール型接着剤を実際に噴霧した所第2図ハに示す様に十分に霧化していた。

比較例 1

上記実施例1に於いてデンカクロロブレンEm-40に代えてネオブレンAD(昭和ネオブレン株式会社製)を使用し、その他は全て上記実施例1と同様に処理してエアゾール用組成物を得た。このものの顕微鏡写真(100倍)は第1図ロの通りである。この組成物を用いて上記実施例1と同様に処理してエアゾール型接着剤を得た。このエアゾール型接着剤を実際に噴霧した所第2図ニに示す様に全く又は殆んど霧化していなかった。

実施例 2

ネオブレンAG70部、ネオブレンAF30部(いずれも昭和ネオブレン株式会社製)、トルエン140部、ノルマルヘキサン400部及び酢酸エチル250部を混合して組成物を得た。

実施例 3

| | |
|-------------|-----|
| ネオブレンAG | 70 |
| ネオブレンAD | 30 |
| 特軽質マグネシア | 4 |
| 老化防止剤 | 2 |
| 亜鉛華 | 5 |
| アルキルフェノール樹脂 | 45 |
| トルエン(40) | 286 |
| N-ヘキサン(35) | 252 |
| アセトン(15) | 108 |
| 酢酸エチル(10) | 72 |

ネオブレンAG, ADを素練りし次にMgOを添加し分散する。充分分散した後老化防止剤、亜鉛華を添加し50分混練りを行う。攪拌釜に溶剤を仕込み樹脂を溶解し上記ゴム練り混合物を溶解して組成物を得た。

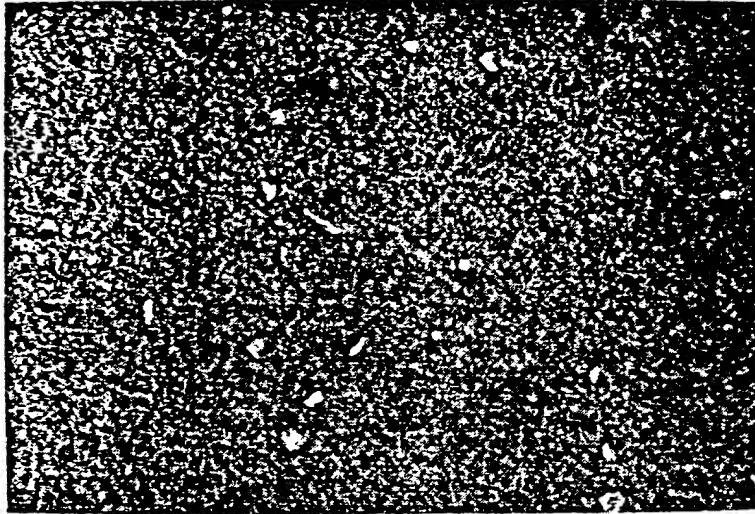
⑦特許請求の範囲

1 ゲル型ポリクロロブレンドライラバーとポリクロロブレンエラストマーの溶剤として従来公知

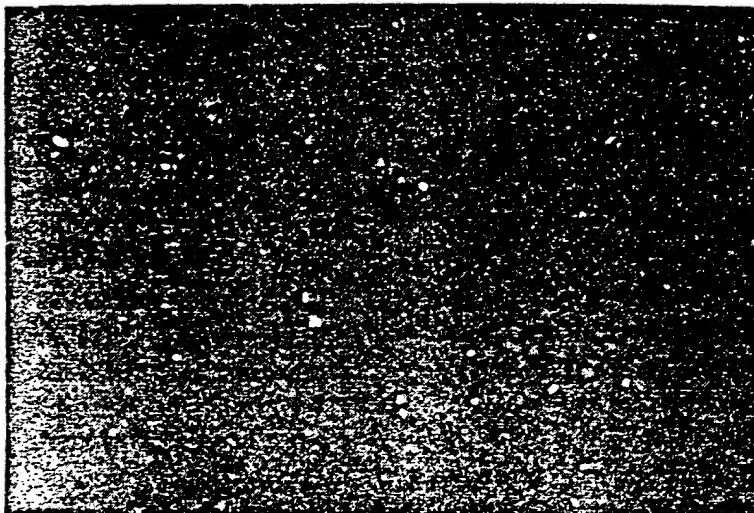
7

の溶剤とを含有して成るエアゾール型接着剤用組成物。

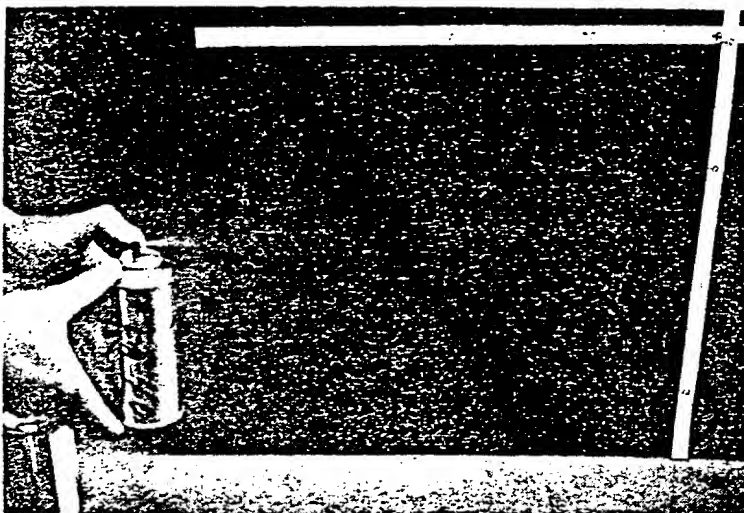
第 / 図 (イ)



第 / 図 (ロ)



第2図 (ア)



第2図 (イ)



PTO 98-1845

Japan Tokkyo
48-43177

AEROSOL ADHESIVE COMPOSITION
[Erozoru Setchakuzai Soseibutsu]

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE
Washington, D. C. March 1998

Translated by: Schreiber Translations, Inc.

| | | |
|-------------------------------|---|------------------------------------|
| <u>Country</u> | : | Japan |
| <u>Document No.</u> | : | 48-43177 |
| <u>Document Type</u> | : | Tokkyo |
| <u>Language</u> | : | Japanese |
| <u>Inventors</u> | : | (missing, translator) |
| <u>Applicant:</u> | : | Konishi Gisuke Shoten Co., Ltd. |
| <u>IPC</u> | : | C 09 J 3/14 C 08 D 9/00 |
| <u>JPC</u> | : | 24 J 6 25(1) B 281 |
| <u>Application Date</u> | : | (missing, translator) |
| <u>Publication Date</u> | : | December 17, 1973 |
| <u>Foreign Language Title</u> | : | Erozoru Setchakuzai Soseibutsu |
| <u>English Title</u> | : | AEROSOL ADHESIVE COMPOSITION |

(54) [Title of the Invention]

/1¹

Aerosol Adhesive Composition [Translator's note: a paragraph is missing here] its (a) shows a solution of gel-type polychloroprene dry rubber and (b) shows a solution of sol-type polychloroprene dry rubber. Fig. 2 is a photograph showing an atomized state when said aerosol adhesive is actually sprayed, its (c) shows a case of aerosol adhesive using the invented aerosol adhesive composition and (d) shows a case of using aerosol adhesive composition other than the invented composition.

[Detailed Explanation of the Invention]

This invention is related to an aerosol adhesive composition and, in more detail, to an aerosol adhesive composition based on polychloroprene elastomers, and its purpose consists in providing a polychloroprene elastomer composition which enables to produce an (aerosol adhesive sprayable over a wide pattern area, in other words, in a fully atomized state.)

As are originally well-known, polychloroprene elastomers have been used as adhesive so far because they have both very excellent adhesiveness and good heat resistance for elastomers.

On the other hand, aerosol adhesives have attracted attentions and various studies on elastomers have been made up to recently, (a paragraph is missing here, translator), the inventors accidentally discovered in this study that a fully atomized aerosol adhesive could be produced when specific polychloroprene elastomers shown

¹ Numbers in the margin indicate pagination in the foreign text.

below were used, thus came to accomplish this invention. Namely, this invention is involved in an aerosol adhesive composition comprising a gel-type polychloroprene dry rubber and a previously well-known solvent used as solvent of said polychloroprene elastomer.

It is necessary to use the gel-type polychloroprene dry rubbers. If elastomers other than those rubbers are used, aerosol adhesives having a large pattern area are not obtained at all. For what reason is only gel-type polychloroprene dry rubbers in the polychloroprene elastomers fully atomized? The details have not become clear, but solvent solutions of gel-type polychloroprene dry rubbers have much higher thixotropy than, say, solvent solutions of sol-type polychloroprene dry rubbers, therefore it is inferred that elastomers with high self-cohesion is fully atomized if they are used as aerosol adhesives in solvent solutions having high thixotropy by processing. /2

The thixotropy of 15% toluene solution of various polychloroprene dry rubbers is measured, and the results are tabulated below. In the following table, the viscosity was measured at 20°C by using a rotary B-type viscosimeter (B-M type, made by Tokyo Instruments Manufactory, Ltd.) according to JIS-K-6828. In the following table, moreover, No. 8 was measured with rotor 4, No. 9 with rotor 3 and others with rotor 2. All employed polychloroprene dry rubbers of 15 cm in width and 1 mm in slit were made by 5 min kneading.

| No. | Rubber Solution | Measured Viscosity | | Thixotropy (A/B) | Remark |
|-----|-----------------|--------------------|-----------|------------------|--------|
| | | Rev.6(A) | Rev.12(B) | | |

| | | | | | |
|---|-------------------------------|--------|--------|-------|---------|
| 1 | neoprene AD | 1,050 | 1,050 | 1.000 | sol |
| 2 | neoprene AC | 680 | 680 | 1.000 | sol |
| 3 | neoprene W | 425 | 425 | 1.000 | sol |
| 4 | neoprene WHV | 1,580 | 1,580 | 1.000 | sol |
| 5 | neoprene AF | 900 | 900 | 1.000 | sol |
| 6 | neoprene WB | 755 | 610 | 1.238 | gel |
| 7 | Denka chloroprene Em-40 | 3,320 | 2,300 | 1.443 | gel |
| 8 | neoprene AG | 78,600 | 48,000 | 1.637 | gel |
| 9 | neoprene AD30%+neoprene AG70% | 6,500 | 4,420 | 1.471 | gel+sol |

As is evident from the above table, all toluene solutions of gel-type polychloroprene dry rubber have large thixotropy, but all toluene solutions of sol-type polychloroprene dry rubber have almost no thixotropy. There is no thixotropy for the above solutions with thixotropy of 1.00 and large thixotropy for the above solutions whose thixotropy comes to 1.200. With a mixed system of gel-type and sol-type, the thixotropy is as very large as 1.471 when 30% gel-type is contained.

The gel-type polychloroprene dry rubbers employed in this invention mean those rubbers which are made to toluene insoluble and form gels if mixed with toluene, and any ones marketed as common gel-type polychloroprene dry rubbers are effectively used. More specifically, neoprene AG, neoprene WB, neoprene AJ (all are made by Showa Neoprene Co., Ltd. and DuPont Co.), Denka chloroprene Em-40, Denka chloroprene Es-70 (all are made by Denka Co., Ltd.), etc. can be exemplified.

Sol-type polychloroprene dry rubbers may be added into gel-type polychloroprene dry rubbers in this invention. The mixing

ratio of sol-type polychloroprene dry rubbers at this time is ca. 70-0 wt% as content of sol-type polychloroprene dry rubbers in mixtures of gel-type and sol-type. As said sol-type polychloroprene dry rubbers, neoprene AD, neoprene AC, neoprene W, neoprene WHV, etc. can be exemplified.

As the solvents employed in this invention, all solvents which have been employed as (solvents) of polychloroprene rubber adhesives before are effectively used. For instance, various solvents such as aromatic, alcohol, ketone, petroleum, ester, chlorinated hydrocarbon solvents, etc, are used separately or used by mixing them. More specifically, toluene, n-hexane, methylene chloride, methanol, methyl ethyl ketone, ethyl acetate, etc. can be given. The ratio of polychloroprene dry rubbers to solvents is ca. 5-40 wt% rubbers to solvents, and 15-25 wt% is more desirable. /3

In this invention, spraying agents can be added into a mixed composition of gel-type polychloroprene dry rubbers alone and above solvents to take as an aerosol adhesive, but synthetic resins are desirably added to further increase the adhesive property. As the resins used at this time, for instance, phenol-formaldehyde resin, terpene resin, terpenephenol resin, alkylphenol resin, rosin resin, rosin-modified resin, petroleum resin, etc. can be given as specific examples. The amount of these resins is properly decided according to kinds of employed gel-type polychloroprene dry rubbers, sol-type polychloroprene dry rubbers, solvents or their mixing ratios. Moreover, various well-known additives which have been previously employed in aerosol adhesives can be used in this

invention. Various metal oxides and antioxidants such as β -naphthylamine, etc. can be exemplified as these additives.

The invented composition is sealed in a proper vessel as aerosol adhesive, and (well-known spraying agents such as L.P.G, vinyl chloride gas, chloromethyl (70-11/11) gas, dimethyl ether, etc. are effectively used) as they are for spraying agents coexisting at this time, and previous well-known means are also sufficient for means of obtaining the aerosol adhesive.

The aerosol adhesive using the invented composition exhibit very excellent atomizing property, for instance, an aerosol adhesive prepared by Example 1 described later is fully atomized as shown in Fig. 2 when it is actually ejected. On the other hand, an aerosol adhesive prepared by Comparison Example 1 described later is almost not atomized as shown in Fig. 2 when it is actually ejected.

This invention is specifically illustrated by giving examples below. However, "pt" or "%" indicate weight part or wt% in the following examples unless specially stated.

[Example 1]

15 pt a Denka chloroprene E_m-40 (made by Denka Co., Ltd.) and 85 pt toluene were mixed to obtain a gelated solution. A micrograph of this solution was shown as Fig. 1(a) and known to be a nearly homogeneous gelation. 100 pt this gel-like solution was put into an aerosol vessel and 75 pt a mixed spraying agent of 1 pt dimethyl ether and 1 pt LPG were used to prepare an aerosol adhesive. When this aerosol adhesive was actually sprayed, it was fully atomized

as shown in Fig. 2(c).

[Comparison Example 1]

An aerosol composition was obtained by treatment in all the same way as in the above Example 1 except that a neoprene AD (made by Showa Neoprene Co., Ltd.) was used in place of Denka chloroprene Em-40 in the above Example 1. A micrograph (100x) of this composition is as Fig. 1(b). An aerosol adhesive was obtained with this composition by treatment similarly to the above Example 1. When this aerosol adhesive was actually sprayed, it was almost not atomized as shown in Fig. 2(d).

[Example 2]

70 pt neoprene AG, 30 pt neoprene AF (both are made by Showa Neoprene Co., Ltd.), 140 pt toluene, 400 pt n-hexane and 250 pt ethyl acetate were mixed to obtain a composition.

[Example 3]

| | |
|----------------------|-----|
| Neoprene AG | 70 |
| Neoprene AD | 30 |
| Ultra-light magnesia | 4 |
| Antiager | 2 |
| Zinc oxide | 5 |
| Alkylphenol resin | 45 |
| Toluene (40) | 286 |
| N-hexane (35) | 252 |
| Acetone (15) | 108 |
| Ethyl acetate (10) | 72 |

Neoprene AG and AD were masticated, then MgO was added and

dispersed. After it was fully dispersed, antiager and zinc oxide were added and then blended for 50 min. Solvents were charged into an agitated kettle, then the resin and the above masticated mixture were dissolved to obtain a composition.

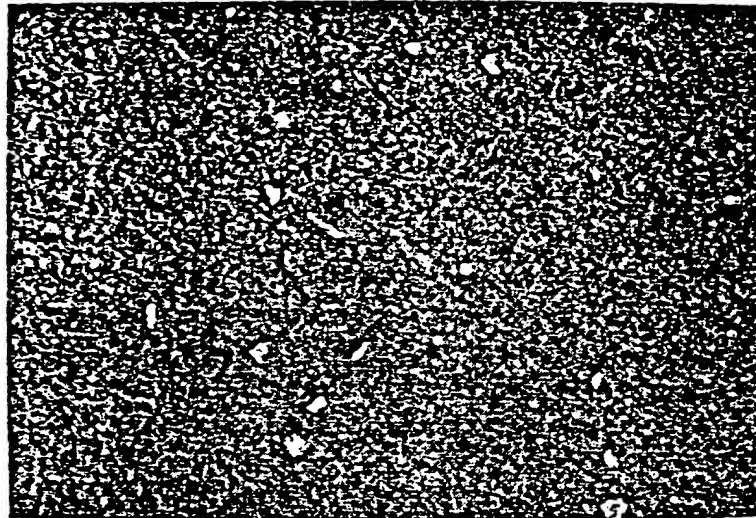
(57) [Claims]

1. An aerosol adhesive composition, which contains previously well-known solvents as the solvents of gel-type polychloroprene dry rubbers and polychloroprene elastomers. /4

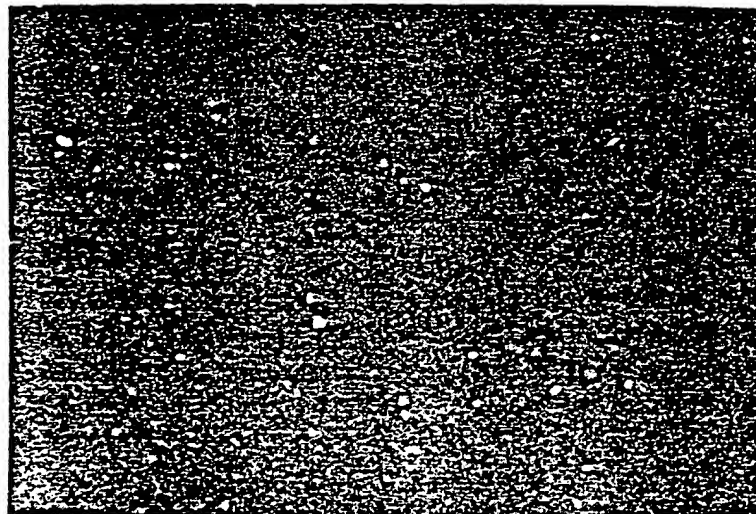
7

の溶剤とを含有して成るエアゾール型接着剤用組成物。

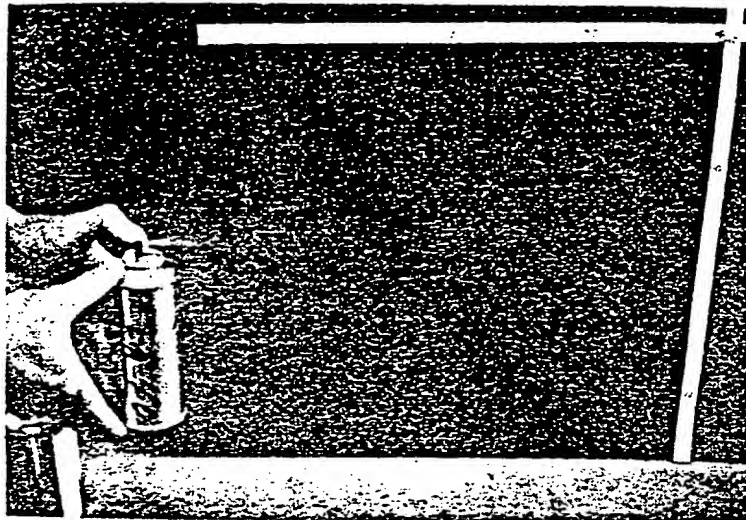
第 / 図 (イ)



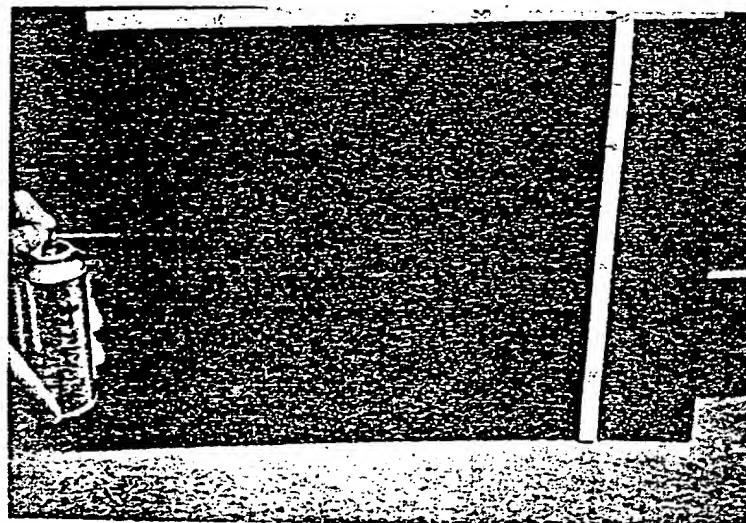
第 / 図 (ロ)



第2図 (A)



第2図 (B)



This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**